

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-263493

(43)Date of publication of application : 07.10.1997

(51)Int.Cl.

C30B 29/06  
C30B 15/00  
C30B 15/20  
H01L 21/208

(21)Application number : 08-097761

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

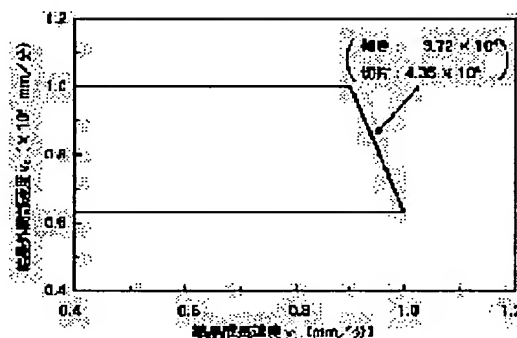
(22)Date of filing : 27.03.1996

(72)Inventor : IINO EIICHI  
KIMURA MASAKI  
MURAOKA SHOZO

## (54) PRODUCTION OF SILICON SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a silicon single crystal of a large diameter by the MCZ method without causing twisting.

SOLUTION: When the objective silicon single crystal is produced by the MCZ method, a silicon single crystal is pulled up under rotation at  $\geq 0.4$  mm/min velocity ( $v_1$ ) of crystal growth and  $0.628 \times 10^4$ – $1.0 \times 10^4$  mm/min velocity ( $v_2$ ) of the peripheral part of the crystal while satisfying the relation of  $V_2 \leq -3.72 \times 10^4 v_1 + 4.35 \times 10^4$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 27.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3443822

[Date of registration] 27.06.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-263493

(43) 公開日 平成9年(1997)10月7日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 29/06	5 0 2		C 3 0 B 29/06	5 0 2 J
			15/00	Z
			15/20	
H 0 1 L 21/208			H 0 1 L 21/208	P

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平8-97761

(22) 出願日 平成8年(1996)3月27日

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 飯野 栄一

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社磯部研究所内

(72) 発明者 木村 雅規

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社磯部研究所内

(72) 発明者 村岡 正三

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社磯部研究所内

(74) 代理人 弁理士 志波 邦男 (外1名)

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法

(57) 【要約】

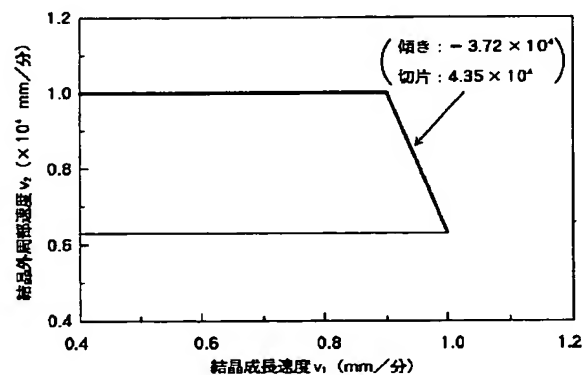
【課題】 MCZ法で大直径のシリコン単結晶を捻れを生じずに製造する。

【解決手段】 MCZ法によりシリコン単結晶を製造する方法において、シリコン単結晶を回転させながら引き上げる際の結晶成長速度  $v_1$  (mm/分) 及び結晶外周部速度  $v_2$  (mm/分) が $0.4 \leq v_1$  $0.628 \times 10^4 \leq v_2 \leq 1.0 \times 10^4$ 

及び

 $v_2 \leq -3.72 \times 10^4 v_1 + 4.35 \times 10^4$ 

を満たす条件で単結晶の引き上げを行う。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 MCZ法によりシリコン単結晶を製造する方法において、シリコン単結晶を回転させながら引き上げる際の結晶成長速度 $v_1$  (mm/分) 及び結晶外周部速度 $v_2$  (mm/分) が

$$0.4 \leq v_1$$

$$0.628 \times 10^4 \leq v_2 \leq 1.0 \times 10^4$$

及び

$$v_2 \leq -3.72 \times 10^4 v_1 + 4.35 \times 10^4$$

を満たす条件で単結晶の引き上げを行うことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、MCZ法によるシリコン単結晶の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、チョクラルスキー法(CZ法)により製造されるシリコン単結晶の大直径化が進んでいる。大直径結晶を成長するには、大口径石英ルツボを使用して100kg以上の大量の原料を熔融する必要があるが、結晶品質面での問題が生じ得る。すなわち、結晶品質面からは、結晶に含まれる格子間酸素は低濃度である必要があるが、結晶中に含まれる酸素は石英ルツボの溶解によって供給されるので、石英ルツボが大きくなり、シリコンの融液量が増えると、石英ルツボからの酸素の供給量が増加して格子間酸素が増加してしまう。

【0003】また、大直径結晶を成長する場合は、融液の量が増えることで自然対流による融液の不安定性が増すので、結晶成長も容易ではなくなる。

【0004】上記のような問題を解決する方法として、MCZ法が従来より用いられている。MCZ法により、結晶引き上げ時に磁場を印加して融液対流を抑制し、融液内に溶け込んでいる酸素が引き上げられる結晶内に取り込まれるのを抑制することができる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、MCZ法で大直径結晶を引き上げると、結晶が捻れるという新たな問題が生じる。この結晶の捻れは、結晶回転速度を増加していくと生じ易く、一旦捻れが生じると結晶が変形し、単結晶化しなくなりやすい。また、結晶に捻れが生じた場合は結晶成長速度を低下させなくてはならないため、製造効率が低下してコストアップにつながるという問題を生じる。

【0006】したがって、捻れの問題に対応するには結晶回転速度を遅くする必要があるが、結晶成長時の結晶回転速度は、得られるウェーハの不純物の面内分布の均一性を得るために重要な成長条件であり、ある程度以下へ低下することは問題である。

【0007】そこで本発明は、MCZ法で大直径のシリコン単結晶を捻れが生じることなく製造することができ

る方法を提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本願の請求項1記載の発明は、MCZ法によりシリコン単結晶を製造する方法において、シリコン単結晶を回転させながら引き上げる際の結晶成長速度 $v_1$  (mm/分) 及び結晶外周部速度 $v_2$  (mm/分) が

$$0.4 \leq v_1$$

$$0.628 \times 10^4 \leq v_2 \leq 1.0 \times 10^4$$

及び

$$v_2 \leq -3.72 \times 10^4 v_1 + 4.35 \times 10^4$$

を満たす条件で単結晶の引き上げを行うことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法を提供する。

【0009】以下、本発明を詳細に説明する。

【0010】MCZ法で結晶が捻れ易い原因は、磁場を印加することによりメルトの粘性が増大し、その結果、結晶回転に対する負荷が大きくなるためと考えられる。特に大直径結晶が捻れ易くなるのは、結晶が大直径化することで熱容量が増大し、結晶冷却速度が低下することと、結晶外周部の速度が実質的に大きくなるのが大きな要因と考えられる。つまり、結晶が捻れるのには、結晶直径、結晶成長速度及び結晶回転速度が関係する。

【0011】我々は、前述した結晶の捻れの問題を解決するためには、結晶の冷却速度が大きくなるような炉内構造を選択するか、または、結晶直径、結晶成長速度及び結晶回転速度を適切な範囲に選択することが有効であることを見出した。

【0012】しかし、結晶の冷却速度を変化させると、結晶欠陥に多大な影響が及ぶので、実質的には適用できないのが実状である。従って、結晶直径、結晶成長速度及び結晶回転速度を適切な範囲に選択することが有効となる。

【0013】結晶に捻れが生じない結晶回転速度の上限は、結晶直径によって異なり、結晶直径が大きくなるにつれて上限値が低くなる。詳細な検討の結果、結晶直径に拘らず、結晶の外周部の速度(線速度)が一定値以下である場合に捻れが生じないことが見出された。

【0014】すなわち、結晶成長速度を $v_1$  (mm/分)、結晶外周部速度を $v_2$  (mm/分) とすると、

$$0.4 \leq v_1$$

$$0.628 \times 10^4 \leq v_2 \leq 1.0 \times 10^4$$

及び

$$v_2 \leq -3.72 \times 10^4 v_1 + 4.35 \times 10^4$$

を満たす条件で単結晶の引き上げを行えば、捻れを生じることなく結晶成長を行うことができる。この条件は、図1の線分で囲まれた領域内に相当する。

【0015】結晶回転速度の上限は、品質改善上それ以上は意味のなくなる場合と、変形が起きる場合によって区切られる。同じく下限は、結晶品質上問題の現れるところであり、結晶外周部の速度でほぼ定まる。また、結

晶成長速度の上限は結晶品質上問題の現れるところであり、結晶回転速度と相関している。結晶成長速度の下限は、生産性の低下等の問題により規定される。

【0016】なお、上記条件を満たす限り結晶直径は制限されないが、結晶直径が8"φ以上の大直径の場合に特に有効である。

【0017】

$$v_2 = \text{結晶回転速度 (rpm)} \times \text{結晶外周長さ (mm)} \\ = \text{結晶回転速度 (rpm)} \times \text{結晶直径 (mm)} \times 3.14$$

で求められる。また、結晶の変形及び品質については、以下のような方法で評価した。

【0019】(結晶の変形) 結晶成長時に捻れが生じた場合は結晶が変形する。結晶の変形の有無は結晶表面に現れる晶癖線を観察することにより評価できる。変形が生じていない結晶の晶癖線は途中で途切れることなく続いている。変形が生じている結晶の晶癖線は途中で途切れ、一時的に2本に分れてしまっている。したがって、晶癖線が途切れているか否かを観察し、晶癖線が途切れている場合を変形が「有」、途切れていない場合を変形が「無」とした。

※20 【表1】

直径	結晶回転速度 (rpm)	結晶外周部 速度 (mm/分)	結晶成長 速度 (mm/分)	結晶の変形 の有無	結晶の品質	
					X (%)	評価
8"	18	$1.13 \times 10^4$	0.9	有	$\leq \pm 4$	良
	15	$0.942 \times 10^4$	0.9	無	$\leq \pm 4$	良
	11	$0.691 \times 10^4$	0.6	無	$\leq \pm 6$	良
	8	$0.502 \times 10^4$	0.9	無	$\leq \pm 10$	悪
12"	16	$1.51 \times 10^4$	0.8	有	$\leq \pm 4$	良
	10	$0.942 \times 10^4$	0.8	無	$\leq \pm 4$	良
	8	$0.754 \times 10^4$	0.6	無	$\leq \pm 6$	良
	5	$0.471 \times 10^4$	0.8	無	$\leq \pm 10$	悪

【0022】また図2は、直径が8"φ、12"φ及び16"φの結晶成長を行う場合の結晶成長速度と結晶回転速度の適切な範囲を示す。

【0023】

【発明の効果】以上説明した通り本発明によれば、MCZ法で大直径のシリコン単結晶を捻れが生じることなく

\*【実施例】次に、本発明の実施例を説明する。

【0018】600mmφの石英ルツボに150kgのシリコン原料を溶融し、結晶成長時には水平磁場0.4Tを印加して、直径が8"φ及び12"φの結晶成長を行った。結晶回転速度と結晶成長速度を種々の値に設定して結晶成長を行った場合の結晶の変形の有無及び品質

\* の良否を表1に示す。なお、結晶外周部速度 $v_2$ は、

10※【0020】(結晶の品質) 結晶の品質は、結晶断面における格子間酸素濃度の面内分布により評価した。すなわち、結晶断面の中心部における格子間酸素濃度 $X_c$ 及び周縁部から中心方向へ10mm離れた場所における格子間酸素濃度 $X_{10}$ を測定し、

$$X = | (X_c - X_{10}) | / X_c \times 100$$

の値(%)を求め、この値が8%以下の場合には結晶の品質が「良」、8%を越えた場合は結晶の品質が「悪」と評価した。

【0021】

効率良く製造することができる。

【図面の簡単な説明】

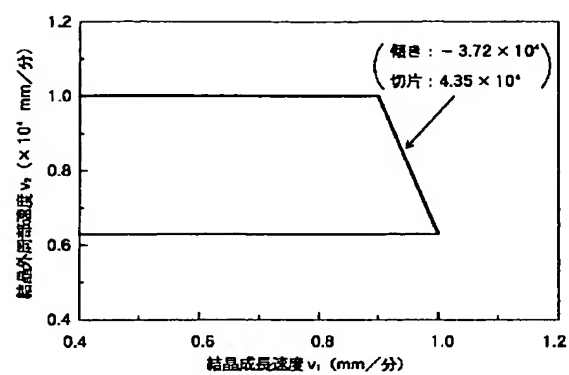
【図1】本発明において結晶外周部速度と結晶成長速度の適切な範囲を示す図である。

【図2】種々の直径で結晶成長を行う場合の結晶回転速度及び結晶成長速度の適切な範囲を示す図である。

(4)

特開平9-263493

【図1】



【図2】

